

Методика воспроизведения и передачи единицы температуры реперными точками в миниатюрных ампулах

А. Ф. БРОДНИКОВ¹, В. Я. ЧЕРЕПАНОВ²

¹ Институт ядерной физики СО РАН, Новосибирск, Россия,
e-mail: A.F. Brodnikov@inp.nsk.su,

² Сибирский научно-исследовательский институт метрологии,
Новосибирск, Россия: cherepanov73@mail.ru

Предложена и экспериментально проверена методика определения метрологических характеристик калибраторов температуры с использованием реперной точки затвердевания индия в миниатюрной ампуле с помощью многоспайной дифференциальной термопары. Методика позволяет определить погрешность воспроизводимых калибратором значений температуры, а также её неоднородность и нестабильность.

Ключевые слова: реперная точка, миниатюрная ампула, затвердевание индия, калибратор температуры, воспроизведение и передача единицы, неоднородность и нестабильность, дифференциальный метод.

The procedure of determination of metrological characteristics of temperature calibrators using a fixed point of indium hardening in miniature ampoule and multijunction differential thermocouple has been proposed and experimentally studied. It enables to determine the error of reproducible by calibrator temperature values and its heterogeneity and instability.

Key words: fixed point, miniature ampoule, solidification of indium, temperature calibrator, reproduction and dissemination unit, heterogeneity and instability, differential method.

В настоящее время для воспроизведения и передачи единицы температуры при калибровке эталонов и средств измерений температуры чаще всего применяют эталонные латинские термометры, которые имеют ряд недостатков. Например, эти термометры не всегда можно погрузить на остаточную глубину в рабочую камеру термостата или в каналы теплового блока калибратора. Метрологическая надежность таких термометров зависит от правильности их транспортировки и условий хранения. Использование для определения характеристик калибратора традиционных крупногабаритных ампул реперных точек неосуществимо из-за значительных размеров, не позволяющих погрузить ампулы в термометрические каналы теплового блока [1, 2].

В данной работе исследована возможность применения миниатюрных ампул с реперными точками в качестве эталонных мер при воспроизведении и передаче единицы температуры. Преимуществом этих ампул является малый объем, высокая метрологическая надежность, а также приемлемая стоимость, обусловленная небольшой массой (менее 10 г) используемых в них чистых металлов [3]. Реперные точки в таких ампулах можно применять в качестве эталонных мер температуры вместо традиционных эталонных термометров, например, при аттестации калибраторов, а также при поверке и калибровке различных термопреобразователей в жидкостных термостатах. Однако вопросы воспроизведения и передачи единицы температуры миниатюрными ампулами при выполнении этих операций требуют разработки соответствующих методик.

Такая методика разработана авторами применительно к определению метрологических характеристик калиб-

раторов температуры. Для воспроизведения температуры затвердевания чистых металлов ампулу погружали в канал калибратора и устанавливали в нём температуру фазового перехода T_2 (период времени τ_2 — τ_3), превышающую температуру T_Φ (плавления металла — период времени τ_1 — τ_2) (рис. 1). Затем калибратор охлаждали (период времени τ_3 — τ_4) от температуры T_2 до T_0 , которая немного ниже температуры T_X начала кристаллизации расплава. После начала затвердевания (момент времени τ_5) в калибраторе устанавливали температуру T_1 , максимально близкую к температуре T_Φ затвердевания, равную температуре плавления. Близость значений T_1 и T_Φ , обеспечивает стабильность темпе-

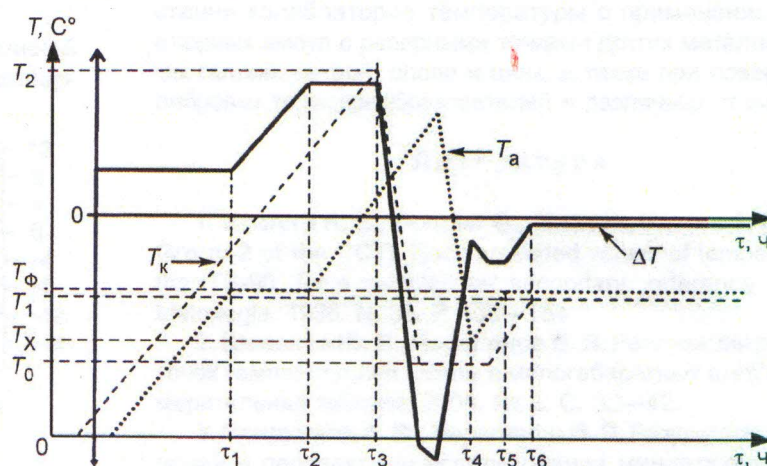


Рис. 1. Температурный режим калибратора T_k , ампулы T_a и разности ΔT этих температур

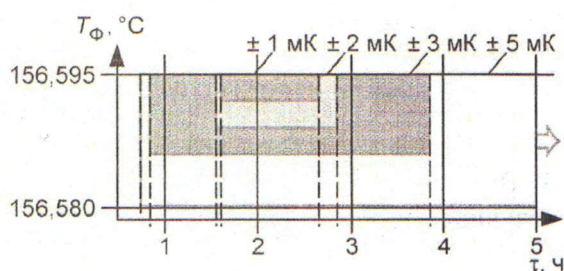


Рис. 2. Стабильность и длительность реперной точки индия при $\Delta T = 0,05 \text{ K}$

ратуры, наступающую после периода времени $\tau_5 - \tau_6$, и значительную продолжительность процесса затвердевания [3]. Эту закономерность используют при реализации наиболее длительной и хорошо воспроизводимой тройной точки воды: ампулу с водой помещают в тающий лёд, температура которого ниже температуры тройной точки всего на 0,01 K.

Предложенная методика была опробована путём воспроизведения в калибраторе температуры реперной точки затвердевания индия ($156,5985 \text{ }^\circ\text{C}$) в цилиндрической ампуле размером $20,0 \times 9,5 \text{ мм}$. Воспроизведенное значение этой температуры при определении показателей точности калибратора передавали с помощью дифференциальной термопары, которая содержала четыре пары спаев, образованных из медных и константановых термоэлектродов. Половина спаев (опорных) постоянно находилась в ампуле, погружаемой в один из каналов калибратора, а другие спаи (рабочие) — в стеклянной пробирке, помещённой в исследуемый канал калибратора. Первоначально в калибраторе устанавливали температуру $T_2 = 157,0 \text{ }^\circ\text{C}$, достаточную для плавления индия. Чтобы получить площадку затвердевания калибратор охлаждали до температуры $T_x = 155,5 \text{ }^\circ\text{C}$, обеспечивающей переохлаждение и начало кристаллизации расплава. После достижения в ампуле температуры затвердевания индия (см. рис. 1) в калибраторе устанавливали температуру $T_1 = 156,59 \text{ }^\circ\text{C}$, которая ниже T_ϕ примерно на 0,01 K.

Отклонения ΔT температуры T_1 в исследуемом канале калибратора от температуры T_ϕ фазового перехода определяли по формуле $\Delta T = T_1 - T_\phi = \Delta E/S$, где ΔE — сигнал дифференциальной термопары; $S = 196 \text{ мкВ/К}$ — чувствительность термопары при температуре затвердевания T_ϕ .

Результаты измерений, выполненных по предложенной методике, подтвердили, что большая длительность затвер-

девания достигается при T_1 , максимально близкой к T_ϕ . При этом также выяснилось, что близость значений этих температур способствует устранению погрешности, вызванной отводом тепла по проводам термопары. Установлено, что при $\Delta T = 0,05 \text{ K}$ длительность периода затвердевания с высокой стабильностью температуры в пределах $\pm 1 \text{ мК}$ составляет более 1 ч, с нестабильностью $\pm 3 \text{ мК}$ около 3 ч, а с нестабильностью $\pm 5 \text{ мК}$ более 4 ч (рис. 2). По этим характеристикам реперные точки в миниатюрных ампулах не уступают реперным точкам, воспроизводимым в классических ампулах.

На рис. 3 приведена полученная с помощью описанной методики типичная экспериментальная зависимость сигнала дифференциальной термопары от времени. Опорные спаи термопары находились в ампуле с индием, а рабочие спаи — в одном из термометрических каналов калибратора. Участок 1 соответствует полному погружению пробирки рабочими спаями на дно исследуемого канала калибратора. Отклонение ΔE для этого участка составляет -12 мкВ , что соответствует $\Delta T = -0,06 \text{ }^\circ\text{C}$. Следовательно, действительная температура на дне канала ниже температуры затвердевания индия и равна $156,54 \text{ }^\circ\text{C}$. Так как показание калибратора при этом $156,59 \text{ }^\circ\text{C}$, то его погрешность равна $-0,05 \text{ }^\circ\text{C}$ и не превышает установленного для этого прибора паспортного значения: $\pm 0,085 \text{ }^\circ\text{C}$. Погрешности для участков 2, 3 ещё меньше и составляют менее $-0,01 \text{ }^\circ\text{C}$. Температура участка 4 соответствует исходному положению пробирки на дне канала и подтверждает первоначальное значение. Заметные на графике колебания температуры около среднего значения вызваны работой регулятора, обеспечивающего установление заданной для калибратора температуры. Их амплитуда не превышает $0,01 \text{ }^\circ\text{C}$ и соответствует требованиям к характеристикам исследуемого типа калибратора.

Таким образом, экспериментально подтверждена возможность использования миниатюрной ампулы с реперной точкой затвердевания индия для определения погрешности воспроизведения, неоднородности и стабильности температуры в термометрических каналах калибраторов. Достоинством рассмотренной методики по сравнению с традиционной, основанной на использовании эталонных платиновых термометров, является простота и надёжность реализации её устройств. Методику можно использовать при аттестации калибраторов температуры с применением миниатюрных ампул с реперными точками других металлов, так как галлий, натрий, олово и цинк, а также при поверке и калибровке термопреобразователей в различных термостатах.

Литература

1. Bedford R. E., Bonnier G., Maas H., Pavese F. (Working Group 2 of the CCT). Recommended values of temperature the ITS-90 for a selected set secondary reference points Metrologia. 1996. N. 33. P. 133—154.
2. Шевелёв Ю. В., Черепанов В. Я. Реализация реперных точек температурной шкалы в малогабаритных ампулах // Измерительная техника. 2004. № 2. С. 39—42.
3. Бродников А. Ф., Черепанов В. Я. Результаты исследований и перспективы использования миниатюрных ампул реперных точек для воспроизведения и передачи температурной шкалы // Измерительная техника. 2009. № 10. С. 49—55.

Дата принятия 23.10.2015 г.

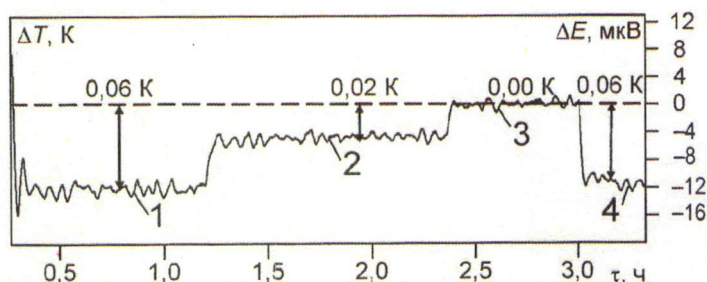


Рис. 3. Отклонения температуры ΔT при исследованиях температурного поля в канале калибратора при разной глубине погружения пробирки с рабочими спаями термопары:

1 — на дне канала; 2 — на высоте 20 мм от дна канала; 3 — на высоте 40 мм от дна канала; 4 — возврат в исходное положение